

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

07. 4. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2003年 6月 5日

出願番号  
Application Number: 特願2003-160302  
[ST. 10/C]: [JP 2003-160302]

出願人  
Applicant(s): ダウ コーニング アジア株式会社

REC'D 03 JUN 2004

WIPO

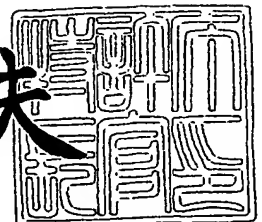
PCT

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 5月21日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 DCJ131PR1

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C08L 83/07  
C08L 83/05  
G02B 06/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県藤沢市本藤沢 2-6-22

【フリガナ】 ケビキ ノボ

【氏名】 櫛引 信男

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市美浜区磯辺 1-36-8

【フリガナ】 カガワ タケ

【氏名】 小川 琢哉

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県南足柄市生駒 57-2

【フリガナ】 タケウチ ケコ

【氏名】 竹内 貴久子

【特許出願人】

【識別番号】 000109185

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内一丁目 1 番 3 号

【氏名又は名称】 ダウ コーニング アジア株式会社

【代表者】 一谷 秀司

【代理人】

【識別番号】 100091579

【弁理士】

【氏名又は名称】 久保田 芳譽

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2003-103252

【出願日】 平成15年 4月 7日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 208293

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

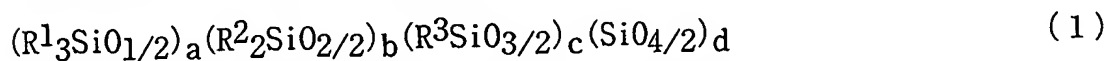
【プルーフの要否】 要

## 【書類名】 明細書

【発明の名称】 光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材および光伝送部材の製造方法

## 【特許請求の範囲】

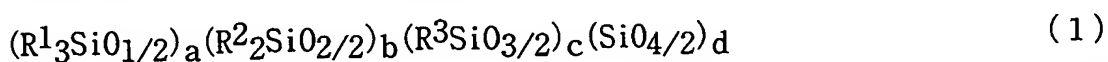
【請求項 1】 (A) 平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ は炭素原子数 1～6 の 1 価脂肪族炭化水素基、炭素原子数 6～10 の 1 価芳香族炭化水素基から選ばれる 1 種または 2 種以上の 1 価炭化水素基であり、 $0 < a \leq 0.5$ ,  $0 \leq b < 0.2$ ,  $0.3 \leq c < 1$ ,  $0 \leq d \leq 0.4$ ,  $0 \leq (b+d)/(a+c) \leq 0.25$ ,  $a+b+c+d=1$  である) で表され、1 分子中に 3 個以上の 1 価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1 価炭化水素基の 10 モル%以上が 1 価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1 分子中に 2 個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全 1 価置換基の 5 モル%以上が 1 価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物と、(C) ヒドロシリル化反応用触媒とからなることを特徴とする光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物。

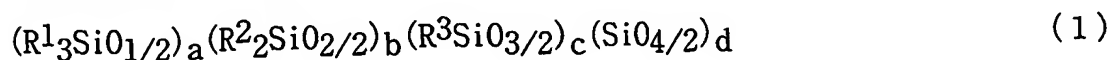
【請求項 2】 組成物の粘度が 25℃で  $1 \times 10^7 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  以下である請求項 1 記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物。

【請求項 3】 (A) 平均単位式 (1)



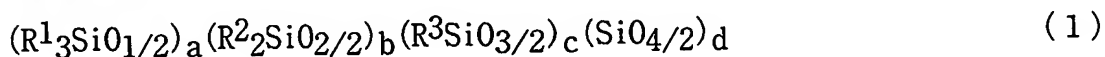
(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $d$ ,  $(b+d)/(a+c)$ ,  $a+b+c+d$ は前記どおりである) で表され、1 分子中に 3 個以上の 1 価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1 価炭化水素基の 10 モル%以上が 1 価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1 分子中に 2 個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全 1 価置換基の 5 モル%以上が 1 価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物と、(C) ヒドロシリル化反応用触媒と、(D) (d1) 溶媒もしくは (d2) ヒドロシリル化反応性オルガノシロキサン系希釈剤とからなることを特徴とする光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物。

【請求項 4】 (A) 平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ は炭素原子数 1 ~ 6 の1価脂肪族炭化水素基、炭素原子数 6 ~ 10 の1価芳香族炭化水素基から選ばれる 1 種または 2 種以上の1価炭化水素基であり、 $0 < a \leq 0.5$ ,  $0 \leq b < 0.2$ ,  $0.3 \leq c < 1$ ,  $0 \leq d \leq 0.4$ ,  $0 \leq (b+d)/(a+c) \leq 0.25$ ,  $a+b+c+d=1$  である) で表され、1 分子中に 3 個以上の1価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1価炭化水素基の 10 モル%以上が1価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1 分子中に 2 個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全1価置換基の 5 モル%以上が1価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物とのヒドロシリル化反応硬化物からなることを特徴とする光伝送部材。

【請求項 5】 (A) 平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $d$ ,  $(b+d)/(a+c)$ ,  $a+b+c+d$ は前記どおりである) で表され、1 分子中に 3 個以上の1価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1価炭化水素基の 10 モル%以上が1価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1 分子中に 2 個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全1価置換基の 5 モル%以上が1価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物と、(d 2) ヒドロシリル化反応性オルガノシロキサン系希釈剤とのヒドロシリル化反応硬化物からなることを特徴とする光伝送部材。

【請求項 6】 光伝送部材が光導波路であることを特徴とする請求項 4 記載の光伝送部材。

【請求項 7】 光伝送部材が光導波路であることを特徴とする請求項 5 記載の光伝送部材。

【請求項 8】 光導波路のクラッド、コアともに成分 (A) と成分 (B) とのヒドロシリル化反応硬化物からなり、コアの屈折率がクラッドの屈折率よりも少なくとも 0.1 % 大きいことを特徴とする請求項 6 記載の光伝送部材。

【請求項 9】 光導波路のクラッド、コアともに成分 (A)、成分 (B)、および成分 (d 2) とのヒドロシリル化反応硬化物からなり、コアの屈折率がクラッドの屈折率よりも少なくとも 0.1 % 大きいことを特徴とする請求項 7 記載の光伝送部材。

【請求項 10】 コア用の成分 (A) と成分 (B) 中の 1 価芳香族炭化水素基総含有量が、クラッド用の成分 (A) と成分 (B) 中の 1 価芳香族炭化水素基総含有量より多いことによって屈折率差が調整されていることを特徴とする請求項 8 記載の光伝送部材。

【請求項 11】 コア用の成分 (A)、成分 (B)、および成分 (d2) 中の 1 価芳香族炭化水素基総含有量が、クラッド用の成分 (A)、成分 (B)、および成分 (d2) 中の 1 価芳香族炭化水素基総含有量より多いことによって屈折率差が調整されていることを特徴とする請求項 9 記載の光伝送部材。

【請求項 12】 形状がフィルム状である請求項 4～請求項 11 のいずれか 1 項記載の光伝送部材。

【請求項 13】 請求項 1～請求項 3 のいずれか 1 項記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を加熱硬化させることを特徴とする光伝送部材の製造方法。

【請求項 14】 請求項 1～請求項 3 のいずれか 1 項記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を基板に塗布し、加熱硬化させることを特徴とする請求項 13 記載の製造方法。

【請求項 15】 請求項 1～請求項 3 のいずれか 1 項記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(1)を基板に塗布して加熱硬化させ、その硬化物上に前記組成物(1)より硬化物の屈折率が少なくとも 0.1% 大きい請求項 1～請求項 3 のいずれか 1 項記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(2)を塗布して加熱硬化させ、その硬化物上に前記組成物(1)を塗布して加熱硬化させることを特徴とするスラブ型光導波路の製造方法。

【請求項 16】 内面に所望の形状を有する型に請求項 1～請求項 3 のいずれか 1 項記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を注入し、加熱硬化させることを特徴とする光伝送部材の製造方法。

【請求項 17】 内面にコアに相当する突起部を有する型に請求項 1～請求項 3 のいずれか 1 項記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(3)を注入し加熱硬化させて脱型し、脱型した硬化物の陥没部に前記組成物(3)より硬化物の屈折率が少なくとも 0.1% 大きい請求項 1～請求項 3 のいずれか 1 項

記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(4)を注入し加熱硬化させ、前記組成物(3)の硬化物と前記組成物(4)の硬化物上に前記組成物(3)を塗布して加熱硬化させることを特徴とするチャネル型光導波路の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】

本発明は光伝送部材、とりわけ光通信素子部材としての光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物、オルガノポリシロキサン樹脂のヒドロシリル化反応硬化物からなる光導波路に代表される光伝送部材およびそれらの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

石英やガラスは、光ファイバー材料のみならず、光通信素子材料としても信頼性が高い材料として使用されている。しかしながら、これら無機材料は高温加工が必要であり、生産性に劣ることから、加工性、耐久性のある光通信素子用有機材料が求められるようになった。最も信頼性の高い有機材料としてポリイミドがあり、電子部品用の材料として広く利用されている。一方、オルガノポリシロキサン系材料は、光透過性、電気絶縁性、光安定性、熱安定性等が優れていることから、オプトエレクトロニクスの分野で注目されている。光通信素子材料として要求される物性の中で、1300～1660nmの通信波長帯に吸収を有しないこと、ポリマー鎖の配向による複屈折がない等の光学的特性、デバイスアセンブリにおける耐熱性、耐吸湿性、耐水性が重要視され、ポリイミド、オルガノポリシロキサン系材料を中心に上述の特性改良が進められている。

【0003】

特開昭63-217306では光導波路用オルガノポリシロキサン硬化物としてシリコーンゴムが提案されており、特開平1-131505では光導波路用オルガノポリシロキサン硬化物として易変形性のオルガノポリシロキサンエラストマーが提案されている。特開平11-43605では光伝送体用にシリカフィラー含有付加反応型液状シリコーンゴムが提案されている。しかし、シリコーンゴム

やオルガノポリシロキサンエラストマーは、その分子構造上環境の温度変化に伴い屈折率等の光学特性変化が大きく、換言すると温度変化安定性、耐熱性に問題がある。特開平3-43423では重水素化アルキル基またはハロゲン化アルキル基を有するオルガノトリクロロシランを加水分解縮合して得たオルガノポリシルセスキオキサンや、重水素化アルキル基またはハロゲン化アルキル基を有するオルガノトリクロロシランとジオルガノジクロロシランを共加水分解縮合して得たオルガノポリシロキサン樹脂（モノオルガノシロキサン単位とジオルガノシロキサン単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂）が提案されている。特開平4-157402では、オルガノポリシロキサンの高い光透過性を考慮して、重水素置換もしくはハロゲン置換していない炭化水素基を有するオルガノポリシロキサン樹脂が提案されている。特開平9-124793では、エポキシ基含有アルコール存在下でフェニルトリクロロシランとジフェニルジクロロシランを共加水分解縮合して得た、エポキシ基含有フェニルポリシロキサン樹脂が提案されている。しかし、これらのオルガノポリシロキサン樹脂は常温での光学特性に優れているが、シラノール基同士の脱水縮合により硬化するタイプであるので、高温で長時間加熱しないと十分に硬化せず、光通信機器等の製造時に光導波路のような光伝送部材が高温（例えば、約260℃）に曝されると、更なる脱水縮合反応が進行して、光学特性に変化が生じるという問題がある。特開平9-124793ではエポキシ基含有フェニルポリシロキサン樹脂に光硬化触媒を添加して紫外線硬化させているが、通信光の吸収の増加や、散乱が起こりやすいという問題がある。

#### 【0004】

ところで、光導波路はコアおよびクラッドと呼ばれる2種類の屈折率の異なる材料で構成されている。その屈折率差は光導波路のデザインに依存するが、コア中を光が伝播するためにはコアの屈折率がクラッドの屈折率より0.1%~1.5%程度大きいことが必要といわれている。脱水縮合硬化型オルガノポリシロキサン樹脂では、この屈折率差は、低屈折率化に寄与するフッ素化炭化水素基の導入量により調整されている。例えば、特開2000-230052ではフッ素化炭化水素基を有するオルガノポリシルセスキオキサンが提案されているが、フッ素



化炭化水素基を導入するため材料コストが高くなるという問題がある。

【0005】

【特許文献1】特開昭63-217306号公報

【特許文献2】特開平1-131505号公報

【特許文献3】特開平11-43605号公報

【特許文献4】特開平3-43423号公報

【特許文献5】特開平4-157402号公報

【特許文献6】特開平9-124793号公報

【特許文献7】特開2000-230052号公報

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、屈折率等の光学特性の温度変化安定性、耐熱性が優れ、重水素化アルキル基やフッ素化炭化水素基を導入しなくても通信波長領域で高透過率を有し、容易に変形しない程度の硬さと弾性を有し、かつ、コア材料とクラッド材料とを調製した際に屈折率差調整を容易に行いうる、光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を提供することにある。さらに、屈折率等の光学特性の温度変化安定性、耐熱性が優れ、重水素化アルキル基やフッ素化炭化水素基を導入しなくても通信波長領域で高透過率を有し、容易に変形しない程度の硬さと弾性を有し、かつ、コア材料とクラッド材料とを調製した際に屈折率差調整を容易に行いうるオルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材を提供することにある。さらには、屈折率等の光学特性の温度変化安定性、耐熱性が優れ、重水素化アルキル基やフッ素化炭化水素基を導入しなくても通信波長領域で高透過率を有し、容易に変形しない程度の硬さと弾性を有し、かつ、コア材料とクラッド材料とを調製した際に屈折率差調整を容易に行いうるオルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材の経済的であり、簡便な製造方法を提供することにある。

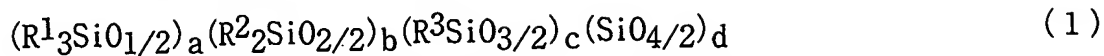
【0007】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するために鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち、本

発明は、

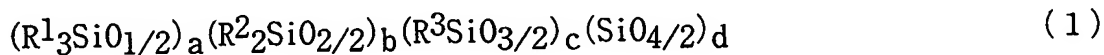
[1] (A) 平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ は炭素原子数 1 ~ 6 の1価脂肪族炭化水素基、炭素原子数 6 ~ 10 の1価芳香族炭化水素基から選ばれる 1 種または 2 種以上の1価炭化水素基であり、 $0 < a \leq 0.5$ ,  $0 \leq b < 0.2$ ,  $0.3 \leq c < 1$ ,  $0 \leq d \leq 0.4$ ,  $0 \leq (b+d)/(a+c) \leq 0.25$ ,  $a+b+c+d=1$  である) で表され、1 分子中に 3 個以上の1価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1価炭化水素基の 10 モル%以上が1価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1 分子中に 2 個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全1価置換基の 5 モル%以上が1価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物と、(C) ヒドロシリル化反応用触媒とからなることを特徴とする光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物。

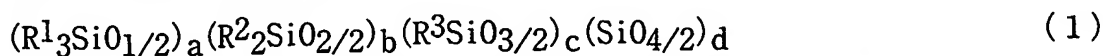
[2] 組成物の粘度が 25℃で  $1 \times 10^7 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  以下である[1]記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物。

[3] (A) 平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $d$ ,  $(b+d)/(a+c)$ ,  $a+b+c+d$ は前記どおりである) で表され、1 分子中に 3 個以上の1価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1価炭化水素基の 10 モル%以上が1価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1 分子中に 2 個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全1価置換基の 5 モル%以上が1価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物と、(C) ヒドロシリル化反応用触媒と、(D) (d1) 溶媒もしくは (d2) ヒドロシリル化反応性オルガノシロキサン系希釈剤とからなることを特徴とする光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物。

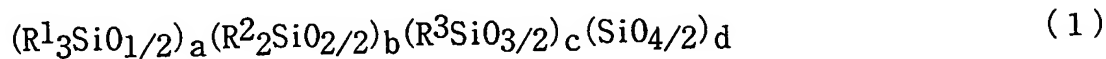
[4] (A) 平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ は炭素原子数 1 ~ 6 の1価脂肪族炭化水素基、炭素原子数 6 ~ 10 の1価芳香族炭化水素基から選ばれる 1 種または 2 種以上の1価炭化水素基であり、 $0 < a \leq 0.5$ ,  $0 \leq b < 0.2$ ,  $0.3 \leq c < 1$ ,  $0 \leq d \leq 0.4$ ,  $0 \leq (b+d)/(a$

+c)  $\leq 0.25$ ,  $a+b+c+d=1$  である) で表され、1 分子中に 3 個以上の 1 価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1 価炭化水素基の 10 モル% 以上が 1 価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1 分子中に 2 個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全 1 価置換基の 5 モル% 以上が 1 価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物とのヒドロシリル化反応硬化物からなることを特徴とする光伝送部材。

[5] (A) 平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $d$ ,  $(b+d)/(a+c)$ ,  $a+b+c+d$  は前記どおりである) で表され、1 分子中に 3 個以上の 1 価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1 価炭化水素基の 10 モル% 以上が 1 価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1 分子中に 2 個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全 1 価置換基の 5 モル% 以上が 1 価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物と、(d 2) ヒドロシリル化反応性オルガノシロキサン系希釈剤とのヒドロシリル化反応硬化物からなることを特徴とする光伝送部材。

[6] 光伝送部材が光導波路であることを特徴とする[4]記載の光伝送部材。

[7] 光伝送部材が光導波路であることを特徴とする[5]記載の光伝送部材。

[8] 光導波路のクラッド、コアともに成分(A)と成分(B)とのヒドロシリル化反応硬化物からなり、コアの屈折率がクラッドの屈折率よりも少なくとも 0.1% 大きいことを特徴とする[6]記載の光伝送部材。

[9] 光導波路のクラッド、コアともに成分(A)、成分(B)、および成分(d 2)とのヒドロシリル化反応硬化物からなり、コアの屈折率がクラッドの屈折率よりも少なくとも 0.1% 大きいことを特徴とする[7]記載の光伝送部材。

[10] コア用の成分(A)と成分(B)中の 1 価芳香族炭化水素基総含有量が、クラッド用の成分(A)と成分(B)中の 1 価芳香族炭化水素基総含有量より多いことによって屈折率差が調整されていることを特徴とする[8]記載の光伝送部材。

[11] コア用の成分(A)、成分(B)、および成分(d 2)中の 1 価芳香族炭化水素基総含有量が、クラッド用の成分(A)、成分(B)、および成分(d

2) 中の1価芳香族炭化水素基総含有量より多いことによって屈折率差が調整されていることを特徴とする[9]記載の光伝送部材。

[12] 形状がフィルム状である[4]～[11]のいずれかに記載の光伝送部材。

[13] [1]～[3]のいずれかに記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を加熱硬化させることを特徴とする光伝送部材の製造方法。

[14] [1]～[3]のいずれかに記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を基板に塗布し、加熱硬化させることを特徴とする光伝送部材の製造方法。

[15] [1]～[3]のいずれかに記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(1)を基板に塗布して加熱硬化させ、その硬化物上に前記組成物(1)より硬化物の屈折率が少なくとも0.1%大きい[1]～[3]のいずれかに記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(2)を塗布して加熱硬化させ、その硬化物上に前記組成物(1)を塗布して加熱硬化させることを特徴とするスラブ型光導波路の製造方法。

[16] 内面に所望の形状を有する型に[1]～[3]のいずれかに記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を注入し、加熱硬化させることを特徴とする光伝送部材の製造方法。

[17] 内面にコアに相当する突起部を有する型に[1]～[3]のいずれかに記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(3)を注入し加熱硬化させて脱型し、脱型した硬化物の陥没部に前記組成物(3)より硬化物の屈折率が少なくとも0.1%大きい[1]～[3]のいずれかに記載の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(4)を注入し加熱硬化させ、前記組成物(3)の硬化物と前記組成物(4)の硬化物上に前記組成物(3)を塗布して加熱硬化させることを特徴とするチャンネル型光導波路の製造方法。；に関する。

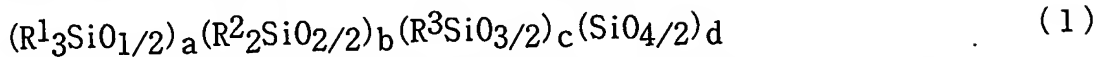
#### 【0008】

本発明の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物は、成分(A)中の1価不飽和脂肪族炭化水素基と成分(B)中のケイ素原子結合水素原子とが、あるいは成分(A)および成分(d2)中の1価不飽和脂肪族炭化水素基と成分(B)中のケイ素原子結合水素原子とが成分(C)の作用でヒドロシリル化反

応して架橋し硬化する。

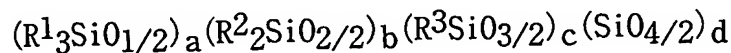
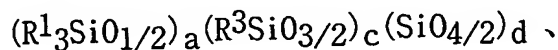
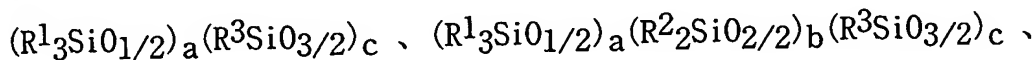
### 【0009】

成分 (A) のオルガノポリシロキサン樹脂は、下記平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ は炭素原子数 1～6 の 1 価脂肪族炭化水素基、炭素原子数 6～10 の 1 価芳香族炭化水素基から選ばれる 1 種または 2 種以上の 1 価炭化水素基であり、 $0 < a \leq 0.5$ ,  $0 \leq b < 0.2$ ,  $0.3 \leq c < 1$ ,  $0 \leq d \leq 0.4$ ,

$0 \leq (b+d)/(a+c) \leq 0.25$ ,  $a+b+c+d=1$  である) で表されることからわかるように、 $a$ と $c$ は 0 であることはなく、 $b$ と $d$ は 0 でもよいので、 $R^1_3SiO_{1/2}$ 単位と $R^3SiO_{3/2}$ 単位は必須の単位であるが、 $R^2_2SiO_{2/2}$ 単位と $SiO_{4/2}$ 単位は、任意の単位である。したがって、次のような単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂があり得る。



$R^1_3SiO_{1/2}$ 単位が多すぎると分子量が小さくなるので  $0 < a \leq 0.5$  であり、好ましくは  $0 < a \leq 0.3$  である。 $R^3SiO_{3/2}$ 単位が少なすぎると分岐度が減少するので  $0.3 \leq c < 1$  であり、好ましくは  $0.5 \leq c < 1$  である。

$R^2_2SiO_{2/2}$ 単位がオルガノポリシロキサン樹脂中に導入されると一般に樹脂の柔軟性が増すが、熱変形温度が低下して形状変化の要因ともなる。そのため、 $0 \leq b < 0.2$  であり、好ましくは  $0 \leq b < 0.1$  である。一方、 $SiO_{4/2}$ 単位が導入されると樹脂の硬度が顕著に増加して脆くなりやすい。そこで、 $0 \leq d \leq 0.4$  であり、 $0 \leq (b+d)/(a+c) \leq 0.25$  である。

### 【0010】

ケイ素原子に結合した炭素原子数 1～6 の 1 価脂肪族炭化水素基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ヘキシルのような 1 価飽和脂肪族炭化水素基、および、ビニル、アリル、ヘキセニル基のような 1 価不飽和脂肪族炭化水素基がある。ケイ素原子に結合した 1 価芳香族炭化水素基としては、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基が例示される。該 1 価飽和脂肪族炭化水素基がメ

チル基であり、該 1 価不飽和脂肪族炭化水素基がビニル基であり、該 1 価芳香族炭化水素基がフェニル基であることが好ましい。

オルガノポリシロキサン樹脂は、そのケイ素原子結合 1 価炭化水素基の 10 モル % 以上が 1 価芳香族炭化水素基であることが必要である。10 モル % 未満であると、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物の通信波長領域での透過率が低くなるからである。光導波路のようにコア部とクラッド部とからなる光伝送部材では、コア部用にオルガノポリシロキサン樹脂では好ましくは 20 モル % 以上が 1 価芳香族炭化水素基である。光学特性の重要な性質である屈折率は、1 価炭化水素基の種類を変えることによって調節される。メチル基等の 1 価脂肪族炭化水素基を主たる置換基にすると屈折率は 1.5 未満となりやすく、フェニル基等の 1 価芳香族炭化水素基を主たる置換基にすると 1.5 以上の屈折率となりやすい。

#### 【0011】

オルガノポリシロキサン樹脂の具体例としては、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$  および  $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2})$ , および  $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{MeSiO}_{3/2})$ , および  $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{MeSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})$ , および  $(\text{SiO}_{4/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})$ , および  $(\text{SiO}_{4/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{Ph}_2\text{SiO}_{2/2})$ , および  $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{MeSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{Ph}_2\text{SiO}_{2/2})$ , および  $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$  および  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{MeSiO}_{3/2})$ , および  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})$ , および  $(\text{SiO}_{4/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂 [ここで、Me はメチル基、Ph はフェニル基、Vi はビニル基を表す。以下同様である。] が挙げられる。これらオルガノポリシロキサン樹脂は 2 種以上を併用してもよい。これらオルガノポリシロキサン樹脂は、通常、網状構造や 3 次元構造を有する。

#### 【0012】

このようなオルガノポリシロキサン樹脂の製造方法は周知である（例えば、伊藤邦雄編”シリコンハンドブック”（日刊工業新聞社、1990年発行）の468頁～470頁や、和田誠編”最新シリコン技術-開発と応用-”（シーエムシー、1986年発行）の80頁～81頁参照）。例えば、相当するオルガノクロシランまたはオルガノアルコシシランを有機溶剤中で共加水分解縮合することにより、あるいは、相当するオルガノシロキサンオリゴマーとオルガノアルコシシランを有機溶剤中で強酸触媒存在下で共加水分解縮合することにより容易に製造することができる。その際、生成したオルガノポリシロキサン樹脂にはシラノール基やケイ素原子結合アルコキシ基の含有量が多いので、微量の水酸化カリ存在下で加熱して脱水縮合あるいは脱アルコール縮合させてシラノール基やケイ素原子結合アルコキシ基の含有量を微量にすることが好ましい。シラノール基やケイ素原子結合アルコキシ基は、オルガノポリシロキサン樹脂の保存安定性や耐熱性低下の原因になるので、ケイ素原子結合全置換基の2モル%以下であることが好ましく、1モル%以下であることがより好ましい。

#### 【0013】

成分（A）としてのオルガノポリシロキサン樹脂の分子量に特に制限されないが、少なくとも200℃以下で液状となるような分子量であることが好ましい。加熱下での硬化成形作業をしやすいからであり、200℃より高温に加熱するとオルガノポリシロキサン樹脂が分解しやすくなるからである。一方、硬化後の強度を保持するためには、オルガノポリシロキサン樹脂の分子量が大きく、分子量分布の広いほうが好ましい。また、平均単位式（1）における $(R^3SiO_{3/2})$ 単位と $(R^1_3SiO_{1/2})$ 単位の比である  $c/a$  が0.6以上9.0以下であり、25℃での粘度が1000mPa・s以上のものが推奨される。もちろん、成分（d2）を配合時は、それよりも高粘度である。

オルガノポリシロキサン樹脂は、一分子中に少なくとも3個のケイ素原子結合の1価不飽和脂肪族炭化水素基が必要である。1価不飽和脂肪族炭化水素基としてはヒドロシリル化反応性と硬化後の耐熱性の点でビニル基が望ましい。この1価不飽和脂肪族炭化水素基が一分子中に2個であっても、成分（B）である有機ケイ素化合物中のケイ素原子結合水素原子数が3以上であれば架橋反応が進行するが

、光伝送部材として十分な硬さと弾性を有する硬化物が生成しにくい。

#### 【0014】

成分 (B) である 1 分子中に 2 個以上のケイ素結合水素原子を有する有機ケイ素化合物は、オルガノシラン、オルガノシロキサンオリゴマー、オルガノポリシロキサン of のいずれであってもよい。その分子構造について特に限定されないが、高い透明性を有する硬化物を生成するためには、成分 (A) と分子構造上類似することが好ましい。すなわち、ケイ素原子結合全 1 価置換基の 5 モル % 以上が 1 価芳香族炭化水素基である必要があり、10 モル % 以上が 1 価芳香族炭化水素基であることが好ましい。5 モル % 未満であると、硬化物の透明性が低下し、通信波長領域での透過率が低くなるからである。1 価芳香族炭化水素基としてフェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基が例示されるが、フェニル基が好ましい。1 価芳香族炭化水素基以外の有機基としては、前記した 1 価飽和脂肪族炭化水素基が好ましく、メチル基がより好ましい。また、成分 (A) と本成分をヒドロシリル化反応により硬化させて光導波路のような光伝送部材を製造する際に、揮発性が高いと硬化不十分になるので、揮発性が低い化合物であることが好ましい。具体的には、常圧での沸点が 200℃ 未満の化合物は好ましくない。具体例としては、ジフェニルシラン、1,2-ビス (ジメチルシリル) ベンゼン、1,4-ビス (ジメチルシリル) ベンゼン等のケイ素結合水素基を 2 個有するオルガノシラン；フェニルトリシ (ジメチルシロキシ) シラン、トリシ (メチルフェニルシロキシ) シラン、テトラ (メチルフェニルシロキシ) シラン等のケイ素結合水素基を 3 個または 4 個有するオルガノシロキサンオリゴマー； $(\text{PhSiO}_{3/2})$  および  $(\text{Me}_2\text{HSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2})$ , および  $(\text{Me}_2\text{HSiO}_{1/2})$  の単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂もしくは分岐状オルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ ,  $(\text{MeSiO}_{3/2})$ , および  $(\text{MeHSiO}_{1/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂もしくは分岐状オルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$  および  $(\text{MeHSiO}_{2/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂もしくは分岐状オルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{Me}_2\text{HSiO}_{1/2})$ ,  $(\text{MePh}_2\text{SiO}_{1/2})$  および  $(\text{SiO}_{4/2})$  の各単位からなるオルガノポリシロキサン樹脂もしくは分岐状オルガノシロキサンオリゴマー； $(\text{MePhSiO}_{2/2})$  および  $(\text{Me}_2\text{HSiO}_{1/2})$  の各単位か



らなる直鎖状のオルガノポリシロキサンもしくはオルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{Me}_2\text{SiO}_{2/2})$ 、 $(\text{MePhSiO}_{2/2})$  および  $(\text{Me}_2\text{HSiO}_{1/2})$  の各単位からなる直鎖状オルガノポリシロキサンもしくはオルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{MePhSiO}_{2/2})$ 、 $(\text{MeHSiO}_{2/2})$  および  $(\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2})$  の各単位からなる直鎖状オルガノポリシロキサンもしくはオルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{MePhSiO}_{2/2})$ 、 $(\text{MeHSiO}_{2/2})$  および  $(\text{Me}_2\text{HSiO}_{1/2})$  の各単位からなる直鎖状オルガノポリシロキサンもしくはオルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{PhHSiO}_{2/2})$  および  $(\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2})$  の各単位からなる直鎖状オルガノポリシロキサンもしくはオルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{MeHSiO}_{2/2})$  および  $(\text{MePh}_2\text{SiO}_{1/2})$  の各単位からなる直鎖状オルガノポリシロキサンもしくはオルガノシロキサンオリゴマー、 $(\text{PhHSiO}_{2/2})$  単位のみからなる環状オルガノポリシロキサンもしくはオルガノシロキサンオリゴマーが挙げられる。これらの有機ケイ素化合物は2種以上を併用してもよい。これらの有機ケイ素化合物の製法は、公知あるいは周知であり、例えば、ケイ素原子結合水素原子を有するオルガノクロロシランのみの加水分解縮合反応、あるいは、ケイ素原子結合水素原子を有するオルガノクロロシランとケイ素原子結合水素原子を有しないオルガノクロロシランの共加水分解縮合反応により製造することができる。

#### 【0015】

成分 (C) であるヒドロシリル化反応触媒は周期律表第8属の金属、その化合物、中でも白金、白金化合物が好ましい。これには微粒子状白金、塩化白金酸、白金ジオレフィン錯体、白金ジケトン錯体、白金-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体、白金フォスフィン錯体が例示される。その配合量は、成分 (A) と成分 (B) の合計重量に対し、金属重量で好ましくは0.05~300 ppmの範囲であり、より好ましくは0.1~50 ppmの範囲である。この範囲未満では、架橋反応が十分進行しないことがあり、この範囲を越えるとむだであり、残存金属により光学特性が低下することがあるからである。

#### 【0016】

本発明の光伝送部材用オルガノポリシロキサン樹脂組成物は、成分 (A) と成分 (B) と成分 (C) を均一に混合することによって得られる。これら3成分を混合すると、常温でも架橋反応が進行して粘度増加し、ついには硬化するので、成

分 (A) と成分 (B) の混合物をつくり、成形時に成分 (C) を配合するか、成分 (A) と成分 (C) の混合物をつくり、成形時に成分 (B) を配合するとよい。

成分 (A) と成分 (B) の配合比は、成分 (B) 中のケイ素原子結合水素原子／成分 (A) 中の不飽和脂肪族基のモル比が 0.2～5.0 となる比率が好ましく、0.7～1.5 となる比率がより好ましい。得られる硬化物の用途によって成分 (A) と成分 (B) の配合比を変えることが好ましい。硬化物を近紫外波長領域で使用する場合は、全不飽和脂肪族炭化水素基量に対してケイ素結合水素原子が若干過剰となるようにして、不飽和脂肪族炭化水素基が硬化後に残存しないようにすることが望ましい。残存するケイ素結合水素原子は、この領域では吸収帯を有しないので、光学特性を損なうことはない。一方、硬化物を近赤外波長領域で使用する場合は、全ケイ素結合水素原子量に対して不飽和脂肪族炭化水素基が若干過剰となるようにして、ケイ素結合水素原子が硬化後に残存しないようにすることが望ましい。これは、硬化物中のケイ素結合水素原子が使用環境下で酸化され、この波長領域で吸収を示すケイ素結合水酸基になるおそれがあり、その水酸基が環境中の水分の吸着サイトとして機能するためである。

#### 【0017】

本発明の硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物の粘度は、使用する成形方法によって異なるが、25℃において  $1 \times 10^7$  mPa・s 以下であることが好ましく、 $1 \times 10^6$  mPa・s 以下であることがより好ましい。常温下で基材上にスピンコーティングする場合は、25℃において  $1 \times 10^4$  mPa・s 以下であることが好ましい。これより粘度が大きいと基材上にスピンコーティングする際に均一な厚みの膜ができにくい。粘度の下限值は特に限定されないが、成分 (A) の粘度に影響され、成分 (d2) の粘度より当然高粘度であるので、25℃において通常 500 mPa・s より大である。

成分 (A) と成分 (B)、特に成分 (A) の粘度が高すぎてスピンコーティングに不適な場合は、(d1) 溶媒より希釈することが好ましい。成分 (A) と成分 (B)、特に成分 (A) の粘度が高すぎて型への注入に不適な場合は、(d2) ヒドロシリル化反応性オルガノシロキサン系希釈剤により希釈することが好まし

い。

#### 【0018】

(d1) 溶媒は、沸点が80～200℃のものが推奨される。具体的には、イソプロピルアルコール、*t*-ブチルアルコール、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、トルエン、キシレン、メシチレン、クロロベンゼン、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、エトキシ-2-プロパノールアセテート、メトキシ-2-プロパノールアセテート、オクタメチルシクロテトラシロキサン、ヘキサメチルジシロキサンが例示される。このような(d1)溶媒は、単独で用いてもよいし、二種以上を併用してもよい。溶媒で希釈した組成物の固形分濃度は、成分(A)と成分(B)、特に成分(A)の分子量と粘度および形成するコーティング膜の厚さにもよるが、20重量%以上であることが望ましい。また、汎用のスピンコーターを用いて良質の薄膜を形成させる場合の(d1)溶媒で希釈した組成物の粘度は、25℃において $10 \sim 1 \times 10^4$  mPa·sであることが好ましい。

#### 【0019】

(d2) ヒドロシリル化反応性オルガノシロキサン系希釈剤は、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物の力学物性を大きく損なうことなく組成物の粘度を低下させるのに有効である。1分子中に少なくとも2個の1価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、分子中の全1価炭化水素基の5モル%以上が1価芳香族炭化水素基であり、ケイ素原子数が15以下であるオルガノシロキサンオリゴマーが推奨される。25℃での粘度が好ましくは500 mPa·s以下であり、より好ましくは300 mPa·s以下である。このようなオルガノシロキサンオリゴマーは、1価芳香族炭化水素基を有する成分(A)や成分(B)との混和性が良好であり、架橋反応にあずかり、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物の通信波長領域での透過率が高い。

#### 【0020】

本成分として、1,3-ジビニルジメチルジフェニルジシロキサン、1,5-ジビニルテトラメチルジフェニルトリシロキサン、フェニルトリス(ジメチルビニルシロキシ)シラン、 $(\text{PhSiO}_{3/2})$ および $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})$ の各単位からなるメチルビニルフ

エニルシロキサンオリゴマーが例示される。

#### 【0021】

成分(d2)は、分子中にシラノール基や、ケイ素原子結合アルコキシ基が存在すると、組成物の保存安定性に悪影響を及ぼしたり、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物の耐温度変化性や、耐熱性低下の原因になったりするので、シラノール基や、ケイ素原子結合アルコキシ基は微量であるか、存在しないことが好ましい。成分(d2)は、その分子構造にも依存するが、組成物中の配合量が増大することにより、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物の力学強度は幾分低下する。そのため、その配合量はこのような物性のバランスを勘案して決めるとよい。推奨される配合量は、[反応性希釈剤] / [成分(A) + 成分(B)]の重量比が5 / 95 ~ 80 / 20の範囲となる量であり、より推奨される配合量は、5 / 95 ~ 40 / 60の範囲となる量である。成分(d2)で希釈した組成物の粘度は、25℃において20 ~  $1 \times 10^4$  mPa·sであることが好ましい。

成分(A)、成分(B)、成分(C)および(d1)溶媒からなる硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物は、常温で液状であり流動性が良好であるので、コーティング、特にスピンコートに好適である。成分(A)、成分(B)、成分(C)および(d2)ヒドロシリル化反応性オルガノシロキサン系希釈剤からなる硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物は、常温で液状であり流動性が良好であるので、注入成形に好適である。

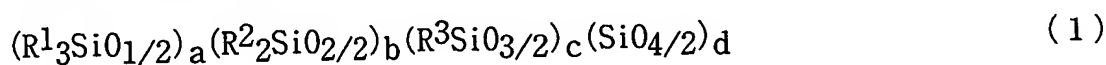
#### 【0022】

成分(A)と成分(B)と成分(C)を混合すると、常温でも架橋反応が進行して粘度増加し、ついには硬化するので、常温での増粘、硬化を防止し、加熱時に硬化するようにするため、必要に応じて硬化遅延剤を配合する。この硬化遅延剤としては、ヒドロシリレーション反応硬化型組成物で通常用いられる化合物、例えば、3-メチル-1-ブチン-3-オール、3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール、フェニルブチノール等のアルキンアルコール；3-メチル-3-ペンテン-1-イン、3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-イン等のエン・イン化合物；アルキニル基含有ケトン；メチルトリス(1,1-ジメチルプロピノキシ)シラン、ジメチルジ(1,1-ジメチルプロピノキシ)シラン等のアルキニ

ル基含有オルガノシラン；ベンゾトリアゾール類；マレイン酸エステル、フマル酸エステルがある。その配合量は、[硬化遅延剤] / [ヒドロシリル化反応触媒中の金属] の重量比が10～10,000となる量が推奨される。上記硬化遅延剤を多量に配合すると、全成分を含む一液型オルガノポリシロキサン樹脂組成物にすることができる。また、本発明の目的を損わなければ、シランカップリング剤に代表される接着性向上剤、その他の添加剤を配合してもよい。

### 【0023】

本発明の光伝送部材は、(A) 平均単位式 (1)



(式中、 $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ は炭素原子数1～6の1価脂肪族炭化水素基、炭素原子数6～10の1価芳香族炭化水素基から選ばれる1種または2種以上の1価炭化水素基であり、 $0 < a \leq 0.5$ ,  $0 \leq b < 0.2$ ,  $0.3 \leq c < 1$ ,  $0 \leq d \leq 0.4$ ,  $0 \leq (b+d)/(a+c) \leq 0.25$ ,  $a+b+c+d=1$ である)で表され、1分子中に3個以上の1価不飽和脂肪族炭化水素基を有し、1価炭化水素基の10モル%以上が1価芳香族炭化水素基であるオルガノポリシロキサン樹脂と、(B) 1分子中に2個以上のケイ素原子結合水素原子を有し、ケイ素原子結合全1価置換基の5モル%以上が1価芳香族炭化水素基である有機ケイ素化合物とのヒドロシリル化反応硬化物からなる。

光導波路に代表される光伝送部材は、一般に屈折率の高いコアと屈折率の低いクラッドからなる。成分(A)であるオルガノポリシロキサン樹脂は、コア用、クラッド用いずれであっても、そのケイ素原子結合1価炭化水素基の10モル%以上が1価芳香族炭化水素基であることが必要である。成分(B)である有機ケイ素化合物はケイ素原子結合全1価置換基の5モル%以上が1価芳香族炭化水素基である。この含有量が満足されないと、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物の通信波長領域での透過率が低くなるため適切でない。オルガノポリシロキサン樹脂硬化物の屈折率は、ケイ素原子結合1価脂肪族炭化水素基(典型的にはメチル基)と1価芳香族炭化水素基(典型的にはフェニル基)の比率で調整することができる。1価芳香族炭化水素基の比率が増すと高屈折率となり、1価脂肪族炭化水素基の比率が増えると低屈折率となる。コア用オルガノポリシロキサン樹脂硬化物は、クラッド用オルガノポリシロキサン樹脂硬化物より屈折率を少なくとも0.1

%大きくすることが好ましいので、コア用オルガノポリシロキサン樹脂中の1価芳香族炭化水素基の含有率をクラッド用オルガノポリシロキサン樹脂中のそれよりも高くすることが好ましい。そのためには、[1価脂肪族炭化水素基] / [1価芳香族炭化水素基] のモル比率の異なる二種のオルガノポリシロキサン樹脂をコア用、クラッド用に使い分ける方法、および／または、[1価脂肪族炭化水素基] / [1価芳香族炭化水素基] のモル比率の異なる二種の成分 (B) をコア用、クラッド用に使い分ける方法により、コア用硬化物の屈折率をクラッド用硬化物の屈折率より高くすることができる。成分 (A) と成分 (B) の詳細は硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物の成分として説明したとおりである。

#### 【0024】

本発明のオルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材は、可視光領域においては反射を除けばほぼ100%の光透過率を有する。また、偏光子を用いて測定する限りにおいては、偏光は観測されないことから、複屈折は無視できる程度に小さい。また、260℃まで加熱しても当初の形状を保っており、重量変化は認められないことから、フッ素化ポリメチルメタクリレート樹脂のような光學材料用熱可塑性樹脂以上の耐熱性を有していると言える。さらに、容易に変形しない程度の硬さと弾性を有し、十分な自己保持強度を有している。

本発明における光伝送部材は、パッシブ系の光伝送部材、アクティブ系の光伝送部材の双方で使用可能である。具体的には、非分岐導波路、分岐導波路、合分波器、光学接着剤等のパッシブ光伝送部材；導波路型光スイッチ、導波路型光変調器、光減衰器、光増幅器等のアクティブ光伝送部材が例示される。本発明のオルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材は、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物自体が光伝送部材であってもよく、他の部材を被覆したり、他の部材間に挟持されていたり、他の部材中や機器中にくみこまれていてもよい。

#### 【0025】

本発明のオルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材は、前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を加熱硬化させることにより製造される。その製造方法は、次の二種に大別される。すなわち、光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を基板に塗布し、加熱硬化させることを

特徴とする光伝送部材の製造方法、および、内面に所望の形状を有する型に前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を注入し、加熱硬化させることを特徴とする光伝送部材の製造方法である。もちろん、射出成形法、押出成形法などの他の製造方法であってもよい。

#### 【0026】

第一の製造方法で使用される基板は、表面が平滑であり、溶媒および硬化時の温度に対して安定であるものが好ましい。シリコンウエファー、ガラス、セラミック、耐熱性プラスチックが例示される。この基板上に前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を塗布し、加熱硬化させることにより、指定波長域で透過性の高い光伝送部材が製造されるが、必要に応じて硬化物を基板から剥がすことにより、フィルム状光伝送部材が得られる。また、前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(1)を基板に塗布して加熱硬化させ、その硬化物上に前記組成物(1)より硬化物の屈折率が少なくとも0.1%大きい前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(2)を塗布して加熱硬化させ、その硬化物上に前記組成物(1)を塗布して加熱硬化させ、その硬化物を基板から剥離することによりスラブ型光導波路が製造できる。この場合、前記組成物(1)の硬化物は下部クラッド層と上部クラッド層になり、前記組成物(2)の硬化物はコア層となる。前記組成物(2)の硬化物を所望の形状に縮小加工後、前記組成物(1)の硬化物と前記組成物(2)の硬化物上に前記組成物(1)を塗布して硬化させ、必要に応じて基板から剥がすことにより、フィルム状チャネル型光導波路が得られる。

前記組成物(2)の硬化物を所望の形状に縮小加工するには、所望のパターンにエッチング加工するとよい。それには、前記組成物(2)の硬化物(コア層)上にフォトリソグラフィによりレジストパターンを形成し、レジストパターンで保護されていないコア層をエッチングにより除去し、該レジストを除去してコアパターンを形成する。

また、前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(1)を基板に塗布して加熱硬化させ、その硬化物(下部クラッド層)を基板から剥がし、その硬化物(下部クラッド層)上に上記要領によりコアパターンと上部クラッド層を

形成することによっても、フィルム状チャネル型光導波路が得られる。

#### 【0027】

上記製造方法で使用する光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物は、常温で液状であり、特には25℃において $20 \sim 1 \times 10^4$  mPa·sであることが好ましい。

また、成分(D)、特には成分(d1)を含有する組成物が好ましい。この際の硬化温度は、該組成物の組成、特に成分(C)の種類や配合量、さらには硬化遅延剤の種類や配合量にもよるが、通常80～200℃である。上記製造方法で使用する光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物の塗布方法は、均一な膜が迅速に形成されるので、スピコート法が好ましい。フィルム状光伝送部材作製の際には、スピコート法の代わりに、溶媒キャスト法を使用してもよい。

#### 【0028】

第二の製造方法で使用する型は、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物の熱膨張係数よりも小さな熱膨張係数を有する基材からなる型が好ましい。もちろん、オルガノポリシロキサン樹脂硬化物が離型しやすいことが必要である。離型性不十分であれば、型の内面に離型剤を付着させてから成形するとよい。このような内面に所望の形状を有する型中に前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物を注入し、加熱硬化させ、脱型することにより指定波長域で透過性の高い光伝送部材が製造されるが、内面にコアに相当する突起部を有する型に前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(3)を注入し加熱硬化させて脱型し、脱型した硬化物の陥没部に組成物(3)より硬化物の屈折率が少なくとも0.1%大きい前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(4)を注入し加熱硬化させ、前記組成物(3)の硬化物と前記組成物(4)の硬化物上に前記組成物(3)を塗布して加熱硬化させることによりチャネル型光導波路が製造できる。

その際に、脱型した硬化物を別の型に嵌めこんでから前記光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物(4)を注入し加熱硬化させ、前記組成物(3)の硬化物と前記組成物(4)の硬化物上に前記組成物(3)を塗布して加熱硬化させるとよ



い。

### 【0029】

この第二の製造方法で使用する硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物は、成分(D)、特に成分(d2)を含有するものが好ましい。その粘度は、25℃において $20 \sim 1 \times 10^4$  mPa·sであることが好ましい。

硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物の注入する陥没部は、その幅が通常数十 $\mu$ m以下と狭いので、コア用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物は、注入容易な程度に粘度が低い必要がある。該組成物の粘度は、温度を上げることでより低下するため、上述した25℃での粘度が $1 \times 10^7$  mPa·s以下であれば注入可能であるが、室温に近い温度域で注入する場合には、さらに低粘度である必要がある。

この際の硬化温度は、該組成物の組成、特に成分(C)の種類や配合量、さらには硬化遅延剤の種類や配合量にもよるが、成分(A)と成分(B)と成分(C)とからなる硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物の場合は80～180℃の範囲が好ましく、成分(A)と成分(B)と成分(C)および(D)(d2)ヒドロシリル化反応性オルガノシロキサン系反応性希釈剤からなる硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物の場合、20～180℃の範囲が好ましい。加熱しても熱膨張係数の小さなセラミックス、金属などからなる型は寸法が殆ど変化せず、一方熱膨張係数の大きなオルガノポリシロキサン樹脂硬化物は熱膨張するので加圧されることになる。これにより、型表面とオルガノポリシロキサン樹脂硬化物が密接して型表面パターンがオルガノポリシロキサン樹脂硬化物に精度よく転写される。硬化完了後、冷却するとオルガノポリシロキサン樹脂硬化物は収縮する。局所的冷却による収縮応力の発生を抑制するためには徐冷することが好ましい。

### 【0030】

#### [実施例]

本発明を具体的に説明するために以下に実施例と比較例を記すが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。使用したオルガノポリシロキサン樹脂、有機ケイ素化合物および反応性希釈剤の分子量測定にはゲルパーミエーションクロ

マトグラフィ (GPC) を使用し、ポリスチレン標品との比較から数平均分子量を算出した。粘度は、25℃で回転粘度計を使用して測定した。シラノール基とメトキシ基もしくはエトキシ基含有量は、 $^{29}\text{Si}$  NMR法により測定した。硬化物の屈折率はプリズムカップラー法により波長 1550 nm にて測定し、膜厚は、Tencor 製アルファステップ 200 により測定した。硬化物の弾性率は、厚さ 2 mm の平板について、動的粘弾性測定装置を用い 1 ヘルツの周波数、ひずみ量 0.5 % の条件で 0 ~ 50℃ の温度範囲で測定し、25℃ の値を測定値とした。また、硬化物の透過率は、厚さ 3 mm の平板について、自記分光光度計により波長 1550 nm で測定した。硬化物の光損失値は、1550 nm での値をカットバック法により測定した。硬化物の偏光依存性は、偏光子を用いた光学顕微鏡により観察した。硬化物の耐熱性は、熱重量分析により評価した。

#### 【0031】

実施例で使用する成分 (A) のオルガノポリシロキサン樹脂および成分 (B) の有機ケイ素化合物の概要 (式中、Me はメチル基を意味し、Ph はフェニル基を意味する。)

メチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂 (A-1) ;

平均単位式:  $[\text{Me}_2(\text{CH}_2=\text{CH})\text{SiO}_{1/2}]_{0.25}[\text{PhSiO}_{3/2}]_{0.75}$ 、フェニル基含有量: 50 モル%、数平均分子量: 1900、粘度:  $>1,000,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、シラノール基とメトキシ基の含有量: 0.8 モル%、製法: 1, 3-ジビニル-1, 1, 3, 3-テトラメチルジシロキサンとフェニルトリメトキシシランと触媒量のトリフルオロメタンスルホン酸含有水を加熱還流下攪拌して加水分解縮合させ、塩基により該酸触媒を中和後、水とメタノールを留去し、トルエンに溶解した残渣に微量の水酸化カリウムを加え加熱下脱水しつつ攪拌し、酸で水酸化カリウムを中和後、塩をろ別しトルエンを留去。

メチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂 (A-2) ;

平均単位式:  $[\text{Me}_2(\text{CH}_2=\text{CH})\text{SiO}_{1/2}]_{0.25}[\text{PhSiO}_{3/2}]_{0.65}[\text{SiO}_{4/2}]_{0.1}$ 、フェニル基含有量: 46 モル%、数平均分子量: 2300、粘度:  $>1,000,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、シラノール基とエトキシ基の含有量: 1 モル%、製法: 、ビニルジメチルクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、テトラエチルオルソシリケートおよび水を

加熱還流下攪拌して加水分解縮合させ、塩基により塩酸を中和後、水とエタノールを留去し、トルエンに溶解した残渣に微量の水酸化カリウムを加え加熱下脱水しつつ攪拌し、酸で水酸化カリウムを中和後、生成した塩をろ別しトルエンを留去。

メチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂 (A-3) ;

平均単位式:  $[\text{Me}_2(\text{CH}_2=\text{CH})\text{SiO}_{1/2}]_{0.25}[\text{MeSiO}_{3/2}]_{0.40}[\text{PhSiO}_{3/2}]_{0.35}$ 、フェニル基含有量: 23 モル%、数平均分子量: 4600、粘度:  $>1,000,000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、シラノール基とメトキシ基の含有量: 1 モル%、製法: 1, 3-ジビニル-1, 1, 3, 3-テトラメチルジシロキサンとメチルトリメトキシシランとフェニルトリメトキシシランと触媒量のトリフルオロメタンスルホン酸含有水を加熱還流下攪拌して加水分解縮合させ、塩基により該酸触媒を中和後、水とメタノールを留去し、トルエンに溶解した残渣に微量の水酸化カリウムを加え加熱下脱水しつつ攪拌し、酸で水酸化カリウムを中和後、生成した塩をろ別しトルエンを留去。

#### 【0032】

メチルフェニルハイドロジェンポリシロキサン (B-1) ;

平均単位式:  $[\text{Me}_2\text{HSiO}_{1/2}]_{0.6}[\text{PhSiO}_{3/2}]_{0.4}$ 、フェニル基含有量: 18 モル%、数平均分子量: 900、粘度:  $30 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、シラノール基とメトキシ基の含有量: 0.2 モル%、製法: 1, 1, 3, 3-テトラメチルジシロキサン、フェニルトリメトキシシラン、および触媒量のトリフルオロメタンスルホン酸を冷却下攪拌して加水分解縮合させ、塩基により該酸触媒を中和後、塩をろ別し水を留去。

メチルフェニルハイドロジェンポリシロキサン (B-2)

平均単位式:  $[\text{Me}_2\text{HSiO}_{1/2}]_{0.2}[\text{MeHSiO}]_{0.4}[\text{MePhSiO}]_{0.4}$ 、フェニル基含有量: 18 モル%、数平均分子量: 900、粘度:  $25 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 、シラノール基とメトキシ基の含有量: 0.1 モル%、製法: 1, 1, 3, 3-テトラメチルジシロキサンとメチルジクロロシランとメチルフェニルジクロロシランを冷却下攪拌して加水分解縮合させ、塩基により該酸触媒を中和後、生成した塩をろ別し水を留去。

メチルビニルフェニルシロキサンオリゴマー (d2) ;

平均単位式： $[\text{Me}_2(\text{CH}_2=\text{CH})\text{SiO}_{1/2}]_{0.67}[\text{PhSiO}_{3/2}]_{0.33}$ 、フェニル基含有量：14モル%、数平均分子量：650、粘度：50mPa·s、シラノール基とメトキシ基の含有量：0.2モル%、製法：1,3-ジビニル-1,1,3,3-テトラメチルジシロキサンとフェニルトリメトキシシランと触媒量のトリフルオロメタンスルホン酸含有水を加熱還流下攪拌して加水分解縮合させ、塩基により該酸触媒を中和後、水とメタノールを留去し、トルエンに溶解した残渣に微量の水酸化カリウムを加え加熱下脱水しつつ攪拌し、酸で水酸化カリウムを中和後、生成した塩をろ別しトルエンを留去。

### 【0033】

#### [実施例1]

光伝送部材用メチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂硬化物

成分(A)としての上記メチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂(A-1)、(A-2)、(A-3)、成分(B)としての上記メチルフェニルヒドロジェンポリシロキサン(B-1)、(B-2)、成分(C)としての白金・1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体[白金含有量：2重量%](C)、硬化遅延剤としてのメチル(トリス(1,1-ジメチル-2-プロピニルオキシ))シラン(E)および成分(d1)としてのトルエンを下記表-1の配合量(単位：g)で混合して、光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物からなるコーティング液を調製した。チャンバー開放系において、これら各コーティング液をシリコン基板上に2000rpmでスピコートし、室温で10分間放置した。その後180℃で90分間加熱することにより、それぞれ均一な厚さ7～8μmのメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂とメチルフェニルヒドロジェンポリシロキサンのヒドロシリル化反応硬化物を得た。

各コーティング液の粘度と、各コーティング液の硬化物の屈折率と透過率を表1に示した。

【表 1】

	組成物 1	組成物 2	組成物 3	組成物 4	組成物 5
(A-1)	20.0	20.0			
(A-2)			20.0		17.0
(A-3)				20.0	3.0
(B-1)	6.4		6.9	8.1	7.1
(B-2)		6.4			
(C)	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004
(E)	0.008	0.008	0.008	0.008	0.008
(d-1)	11.3	11.3	11.5	12.0	11.6
粘度-1	100,000	94,000	170,000	250,000	195,000
粘度-2	30	28	35	45	38
屈折率	1.530	1.526	1.525	1.500	1.519
透過率	96.0	95.8	95.2	94.0	94.0

(注：粘度1は、成分 (d 1) を含まない組成物の粘度 (単位：mPa・s)。粘度2は、成分 (d 1) を含む組成物の粘度 (単位：mPa・s)。屈折率および透過率はいずれも硬化物での測定値。)

この各硬化物は、無色透明であり、弾性率は0.8～1.0ギガパスカルであり、すなわち、容易に変形しない程度の硬さと弾性を有し、十分な自己保持強度を有しており、トルエン中に一晚浸漬しても溶解、膨潤等による変化は観測されなかった。また、各硬化物の通信波長領域での透過率は94%以上であり、光損失値は0.5 dB/cmであるので、光伝送部材として使用するに足りる値を有していた。

#### 【0034】

##### [実施例 2]

コーティング法によるメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂硬化物からなるチャネル型光導波路

チャンバー開放系において、表1の組成物5をシリコン基板上に2000rpmでスピコートし、室温で10分間放置した。その後、180℃で90分間加熱

することにより、均一な厚さ  $7\ \mu\text{m}$  のメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂とメチルフェニルヒドロジェンポリシロキサンのヒドロシリレーション反応硬化物フィルムを形成した。その屈折率は、 $1.519$ であった。次に、この硬化物フィルムを下部クラッド層とし、その上に表1の組成物3を  $2000\ \text{rpm}$  でスピコートし、室温で10分間放置した。その後、 $180^\circ\text{C}$  で90分間加熱することにより、均一な厚さ  $7\ \mu\text{m}$  のメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂とメチルフェニルヒドロジェンポリシロキサンのヒドロシリル化反応硬化物フィルムを形成した。コア層としてのこの硬化物フィルムの上に、厚さ  $2.0\ \mu\text{m}$  のフォトレジストを塗布し、パターン化した。このレジストをフォトマスクとして  $\text{CF}_4$  を含む混合ガスで反応性イオンエッチングを行い、コア層を長さ  $50\ \text{mm}$  、幅  $7.0\ \text{mm}$  、高さ  $7.0\ \text{mm}$  の直線矩形パターンに加工した。レジストを除去後、下部クラッド層である硬化物フィルムとコアパターン上に、表1の組成物5を  $2000\ \text{rpm}$  でスピコートし、 $180^\circ\text{C}$  で90分間加熱して硬化させることにより上部クラッド層を形成してチャネル型光導波路を作製した。この光導波路は、コアとクラッド間のインターミキシングがなく、光損失値は  $0.4\ \text{dB}/\text{cm}$  であった。また、この光導波路を空气中で加熱したところ  $280^\circ\text{C}$  まで重量減少は観察されず、耐熱性に優れていることが確認された。

### 【0035】

#### [実施例3]

コーティング法によるメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂硬化物からなるスラブ型光導波路

表1の組成物5をガラス基板上にコーティングし、室温で約30分放置したのち、 $100^\circ\text{C}$  で1時間、 $180^\circ\text{C}$  で1時間加熱して硬化させた後、室温でガラス基板より剥離して厚さ  $50\ \mu\text{m}$  のメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂とメチルフェニルヒドロジェンポリシロキサンのヒドロシリル化反応脂硬化物フィルムを作成した。その屈折率は、 $1.519$ であった。この硬化物フィルムは偏光依存性を示さず、複屈折が無視できるほどに小さいことが確認された。この硬化物フィルムを下部クラッド層とし、その上に、表1の組成物3をコーティングし、同様に加熱して硬化させ、厚さ  $50\ \mu\text{m}$  のメチルビニルフェニルポリシロキサ

ン樹脂とメチルフェニルヒドロジェンポリシロキサンとのヒドロシリル化反応硬化物フィルムからなる屈折率が1.525のコア層を形成した。さらに、この硬化物フィルム上に、表1の組成物5をコーティングし、同様に加熱し硬化させて、厚さが50  $\mu$ mであり屈折率が1.519の上部クラッド層を形成することにより、合計厚さ150  $\mu$ mのクラッド層-コア層-クラッド層の三層構造からなるスラブ型光導波路を作製した(図1参照)。この光導波路は、コアとクラッド間のインターミキシングがなく、繰り返し曲げてもクラックや剥離がおこらず、偏光依存性は観察されなかった。この光導波路を空气中で加熱したところ280℃まで重量減少は観察されず、耐熱性に優れていることが確認された。

#### 【0036】

##### [実施例4]

注型法によるメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂硬化物からなるチャンネル型光導波路

表1の組成物4(トルエン非含有)5を80℃に加温し、80℃に加温した内面に突条4(高さ50  $\mu$ m、幅50  $\mu$ m、長さ50mm)を有する第1型3(図2参照)に注入し、100℃で1時間、次いで180℃で1時間加熱して硬化させた(図3参照)。この組成物4(トルエン非含有)5の硬化物7をこの温度で第1型3からはずし、80℃に加温した第2型6に嵌めこみ(図4参照)、該硬化物7の陥没部8(高さ50  $\mu$ m、幅50  $\mu$ m、長さ50mm)に表1の組成物3(トルエン非含有)を注入し、100℃で1時間、次いで180℃で1時間加熱して硬化させた(図5参照)。この組成物4(トルエン非含有)5の硬化物7を第2型6からはずし、第3型10に嵌めこみ(図6参照)、表1の組成物4(トルエン非含有)5を注入し、100℃で1時間、次いで180℃で1時間加熱して硬化させた(図7参照)。この硬化物を第3型10からはずして、その形状が高さ50  $\mu$ m、幅50  $\mu$ m、長さ50mmであり、コア部の屈折率が1.525であり、クラッド部の屈折率が1.500である紐状チャンネル型光導波路(図8参照)を得た。この光導波路は、コアとクラッド間のインターミキシングがなく、繰り返し曲げてもクラックも剥離もおこらず、偏光依存性は観察されなかった。この光導波路を空气中で加熱したところ280℃まで重量減少は観察されず、

耐熱性に優れていることが確認された。

### 【0037】

#### [実施例 5]

注型法によるメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂硬化物からなるチャネル型光導波路

成分 (A) としてのメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂 (A-2) 10 g と成分 (d 2) としてのメチルビニルフェニルシロキサンオリゴマー (d 2) 10 g を混合し、これに成分 (B) としてのメチルフェニルハイドロジェンポリシロキサン (B-1) 13 g、成分 (C) としての白金・1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体 [白金含有量: 2 重量%] (C) 5 mg、硬化遅延剤としてのメチル (トリス (1,1-ジメチル-2-プロピニルオキシ)) シラン (E) 10 mg を加え、均一に混合して、無色透明なメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂組成物 6 を調製した。この組成物の粘度は 200 mPa・s であった。

成分 (A) としてのメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂 (A-3) 10 g と成分 (d 2) としてのメチルビニルフェニルシロキサンオリゴマー (d 2) 10 g を混合し、これに成分 (B) としてのメチルフェニルハイドロジェンポリシロキサン (B-1) 13.9 g、成分 (C) としての白金・1,3-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体 [白金含有量: 2 重量%] (C) 5 mg、硬化遅延剤としてのメチル (トリス (1,1-ジメチル-2-プロピニルオキシ)) シラン (E) 10 mg を加え、均一に混合して、無色透明なメチルビニルフェニルポリシロキサン樹脂組成物 7 を調製した。この組成物の粘度は 240 mPa・s であった。

組成物 7 をクラッド用とし、組成物 6 をコア用とし、型への注入、離型を 25℃ で行った以外は実施例 4 と同様にして紐状チャネル型光導波路を作製した。クラッド部の屈折率は 1.482、コア部の屈折率は 1.505 であった。この光導波路は、コアとクラッド間のインターミキシングがなく、繰り返し曲げてもクラックも剥離もおこらず、偏光依存性は観察されなかった。この光導波路を空气中で加熱したところ 280℃ まで重量減少は観察されず、耐熱性に優れていることが確認された。

### 【0038】



## [比較例 1]

特開昭 63-217306 の実施例に準じた可撓性光導波路

粘度 5000 mPa・s の両末端トリメチルシロキシ基封鎖直鎖状ジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサンコポリマー（フェニル基を 25 モル%含有、屈折率 1.50）100 重量部と粘度 5 mPa・s の両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサンコポリマー 5 重量部の混合物に、塩化白金酸のクロロフォルム溶液を白金重量で 5 ppm になるように添加し混合してヒドロシリル化反応硬化型液状シリコーンゴム組成物を調製した後、この組成物を熱気中に吐出して直径  $1\phi$  のシリコーンゴムからなる丸紐状コアを形成した。次いでこのコアに粘度 3000 mPa・s のヒドロシリル化反応硬化型液状シリコーンゴム組成物（主成分：両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖直鎖状ジメチルポリシロキサンと両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサンコポリマーと塩化白金酸。屈折率 1.41）をコーティングした後、150℃で 5 分間加熱し硬化させて直径  $1.4\phi$  の丸紐状可撓性光導波路を作製した。この光導波路は、容易に変形して自己保持強度がなく、これを空气中で加熱したところ、200℃から分解による重量減少が観察され、耐熱性に劣ることがわかった。

## 【0039】

## [比較例 2]

特開平 4-157402 の実施例 2 に準じたポリシルセスキオキサン光導波路クラッド用としてポリメチルシルセスキオキサン（分子量  $M_w = 2000$ 、屈折率 1.423）、コア用としてポリフェニルシルセスキオキサン（分子量  $M_w = 15000$ 、屈折率 1.555）を使用して、スピコート、フォトリソグラフィ、ドライエッチング、ついでスピコートすることにより、コアが幅  $8\mu\text{m}$ 、高さ  $8\mu\text{m}$ 、長さ 50 mm のポリフェニルシルセスキオキサンからなり、上部クラッド層、下部クラッド層ともに厚さ  $20\mu\text{m}$  のポリメチルシルセスキオキサンからなるチャンネル型光導波路を作製した。この光導波路の光損失値は 0.5 dB/cm 以下であった。この光導波路を 260℃で 2 分間加熱処理したところ、コアの屈折率が 0.3%、両クラッド層の屈折率が 0.8% 減少し、両者間の屈折率差

が熱処理前と比べて変化した。このことから、この光導波路は耐熱性に劣ることがわかった。

#### 【0040】

##### 【発明の効果】

本発明の光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物は、屈折率等の光学特性の温度変化安定性、耐熱性が優れ、重水素化アルキル基やフッ素化炭化水素基を導入しなくても通信波長領域で高透過率を有し、容易に変形しない程度の硬さと弾性を有し、かつ、光導波路のような光伝送体製造時にコア材料とクラッド材料としての屈折率差調整を容易に行いうる。本発明のオルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材は、屈折率等の光学特性の温度変化安定性、耐熱性が優れ、重水素化アルキル基やフッ素化炭化水素基を導入しなくても通信波長領域で高透過率を有し、容易に変形しない程度の硬さと弾性があり、かつ、光導波路のような光伝送部材製造時にコア材料とクラッド材料としての屈折率差調整を容易に行いうる。さらには、本発明の光伝送部材の製造方法は、屈折率等の光学特性の温度変化安定性、耐熱性が優れ、重水素化アルキル基やフッ素化炭化水素基を導入しなくても通信波長領域で高透過率を有し、容易に変形しない程度の硬さと弾性があり、かつ、光導波路のような光伝送部材製造時にコアとクラッド間のインターミキシングのないオルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材を経済的に簡便に製造することができる。また、本発明のオルガノポリシロキサン樹脂硬化物からなる光伝送部材は、通信波長帯における伝送損失が希少であるため、近赤外光域における光集積回路用材料および光通信用材料として好適である。

##### 【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例3のスラブ型光導波路の断面図である。

【図2】 実施例4のチャンネル型光導波路を作製する過程における型の断面図である。

【図3】 実施例4のチャンネル型光導波路を作製する過程における型の断面図である。

【図4】 実施例4のチャンネル型光導波路を作製する過程における型の断面図であ

る。

【図 5】 実施例 4 のチャンネル型光導波路を作製する過程における型の断面図である。

る。

【図 6】 実施例 4 のチャンネル型光導波路を作製する過程における型の断面図である。

る。

【図 7】 実施例 4 のチャンネル型光導波路を作製する過程における型の断面図である。

る。

【図 8】 実施例 4 のチャンネル型光導波路の断面図である。

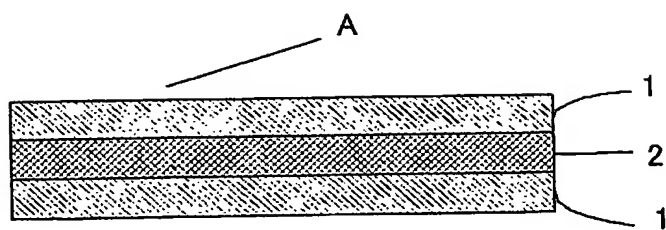
【符号の説明】

- A スラブ型光導波路
- B チャンネル型光導波路
- 1 組成物 5 の硬化物
- 2 組成物 3 の硬化物
- 3 第 1 型
- 4 突条
- 5 組成物 4 (トルエン非含有)
- 6 第 2 型
- 7 組成物 4 (トルエン非含有) の硬化物
- 8 陥没部
- 9 組成物 3 (トルエン非含有) の硬化物
- 10 第 3 型

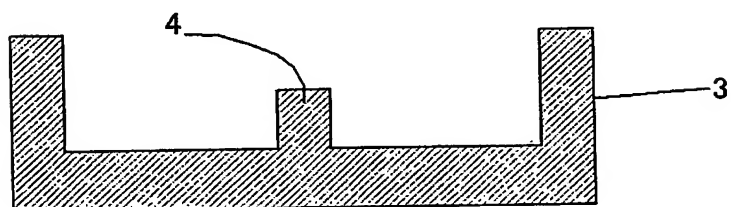


【書類名】 図面

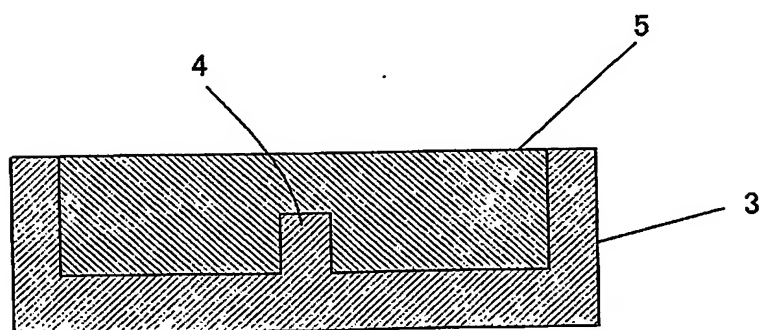
【図 1】



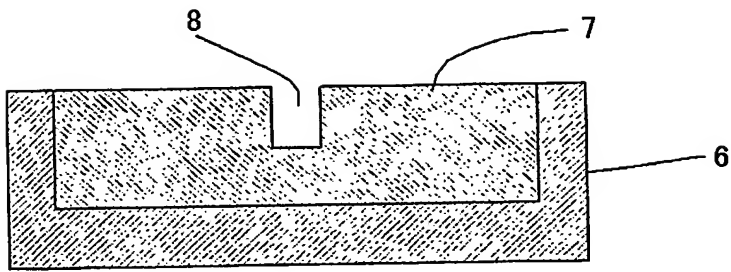
【図 2】



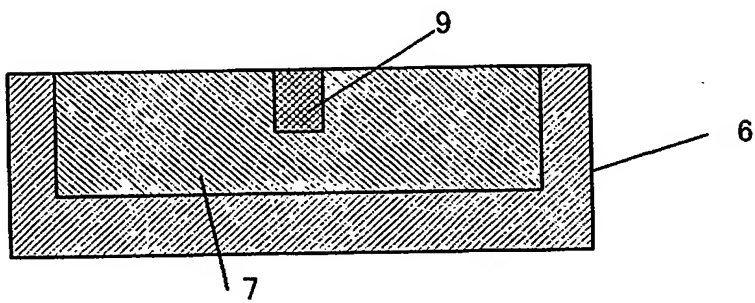
【図 3】



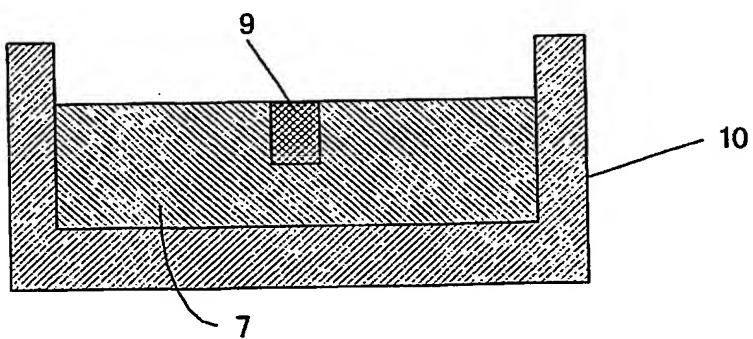
【図 4】



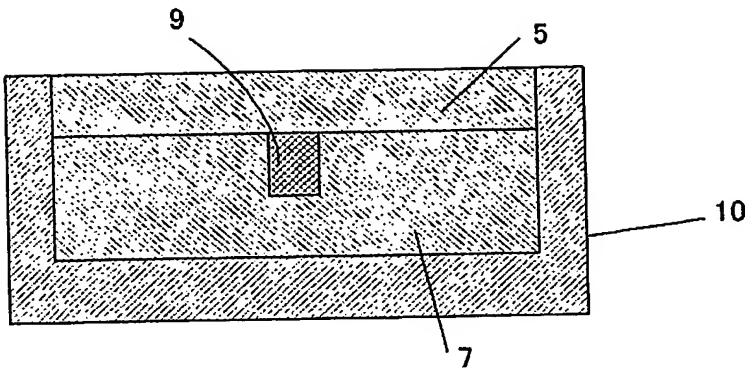
【図 5】



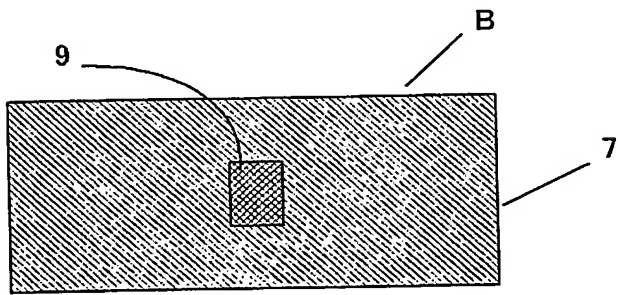
【図 6】



【図 7】



【図 8】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 屈折率等の光学特性の温度変化安定性、耐熱性が優れ、重水素化アルキル基やフッ素化炭化水素基を導入しなくても通信波長領域で高透過率を有し、容易に変形しない程度の硬さと弾性があり、屈折率調整を容易に行いうる光伝送部材を提供する。

【解決手段】 (A) 10モル%以上の1価芳香族炭化水素基と3個以上の1価不飽和脂肪族炭化水素基を有するオルガノポリシロキサン樹脂と (B) 5モル%以上の1価芳香族炭化水素基と2個以上のケイ素原子結合水素原子を有する有機ケイ素化合物と (C) ヒドロシリル化反応用触媒とからなる光伝送部材用硬化性オルガノポリシロキサン樹脂組成物。上記 (A) と (B) とのヒドロシリル化反応硬化物からなる光伝送部材。該組成物を加熱硬化させることによる光伝送部材の製造方法。

【選択図】 図8



## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 1 6 0 3 0 2
受付番号	5 0 3 0 0 9 4 1 7 3 0
書類名	特許願
担当官	小菅 博 2 1 4 3
作成日	平成 1 5 年 6 月 1 0 日

## &lt; 認定情報・付加情報 &gt;

【提出日】 平成 15 年 6 月 5 日

【特許出願人】

【識別番号】 000109185

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内 1 丁目 1 番 3 号

【氏名又は名称】 ダウ コーニング アジア株式会社

【代理人】 申請人

【識別番号】 100091579

【住所又は居所】 千葉県千葉市花見川区さつきが丘 1 丁目 4 3 番地  
の 2 7 アサ国際特許事務所 千葉オフィス

【氏名又は名称】 久保田 芳譽

次頁無



特願 2003-160302

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000109185]

1. 変更年月日	1996年11月 6日
[変更理由]	住所変更
住 所	東京都千代田区丸の内1丁目1番3号
氏 名	ダウ コーニング アジア株式会社